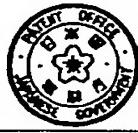


(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 10208228 A

(43) Date of publication of application: 07 . 08 . 98

(51) Int. Cl

G11B 5/66
G11B 5/72

(21) Application number: 09008766

(71) Applicant: HITACHI LTD

(22) Date of filing: 21 . 01 . 97

(72) Inventor: MATSUNUMA SATORU
HOSOE YUZURU

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND
MAGNETIC STORAGE DEVICE USING SAME

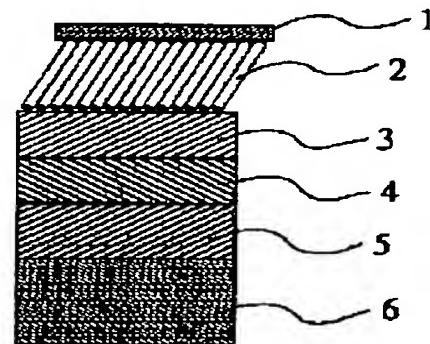
chemically to the protective film through sulfur.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To isolate a lubricant from dangling bonds and contaminants on the surface of a protective film and to obtain a magnetic recording medium not deteriorating its lubricating performance and having stable sliding characteristics and weather resistance over a long period of time by forming a self-textured monomolecular film on the protective film and then forming a thin org. lubricant film on the monomolecular film.

SOLUTION: A Cr film 5, a magnetic recording film 4 and a protective film 3 of amorphous carbon are successively formed on a glass substrate 6 in a device for continuously forming a film by successively. The resultant magnetic disk is taken out of the device, dipped in a soln. of dodecanethiol in ethanol and successively rinsed with ethanol and pure water to form a self-textured monomolecular film 2. A fluorine-contg. org. lubricant film is then formed on the monomolecular film 2 by a soln. dip-coating method. The densely self-textured monomolecular film of dodecanethiol bonds



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-208228

(43)公開日 平成10年(1998)8月7日

(51)Int.Cl.⁶G 11 B 5/66
5/72

識別記号

F I

G 11 B 5/66
5/72

審査請求 未請求 請求項の数10 O.L (全 9 頁)

(21)出願番号 特願平9-8766

(22)出願日 平成9年(1997)1月21日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 松沼 悟

東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目280番地

株式会社日立製作所中央研究所内

(72)発明者 細江 譲

東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目280番地

株式会社日立製作所中央研究所内

(74)代理人 弁理士 平木 祐輔

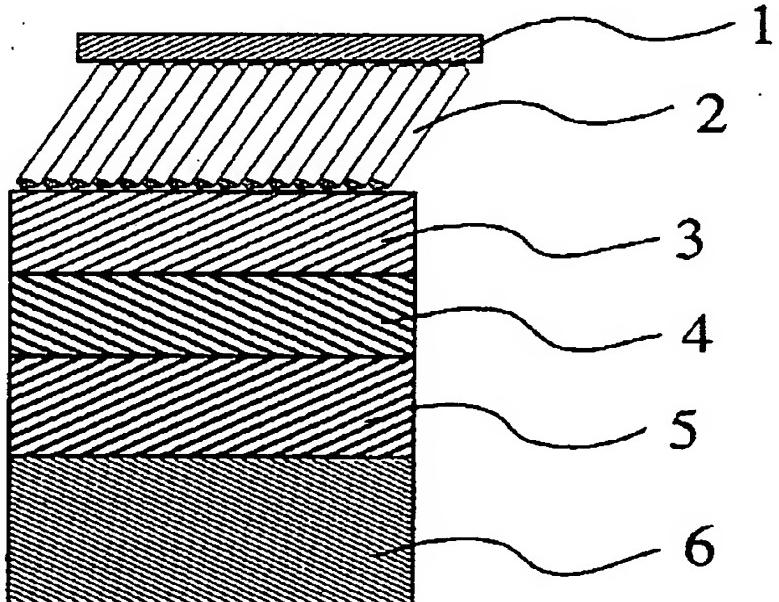
(54)【発明の名称】 磁気記録媒体及びそれを用いた磁気記憶装置

(57)【要約】

【目的】 摺動中に保護膜上のダングリングボンドや汚染物に誘起される潤滑剤の分解を防ぎ、長期的な耐摺動特性をもち、耐久性と耐候性に優れた磁気記録媒体を提供することにある。

【構成】 ガラス基板6の上に、クロム下地膜5、磁気記録膜4、非晶質炭素保護膜3を順次形成し、その上に自己組織化単分子膜2、さらに有機物潤滑剤層1を形成する。

【効果】 密に充填した自己組織化単分子膜がダングリングボンドを隔離し、汚染物や吸着水を排除する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】少なくとも磁気記録膜とその上に設けられた保護膜とを有し、前記保護膜上に自己組織化単分子膜が形成されており、前記自己組織化単分子膜上有機物潤滑剤からなる薄膜が形成されていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】少なくとも磁気記録膜とその上に設けられた保護膜とを有し、前記保護膜上に水平方向の分子間隔が0.2nm以上1nm以下の実質的に一定の間隔で並ぶ水平面並進対称性を持った自己組織化単分子膜が形成されており、前記自己組織化単分子膜上有機物潤滑剤からなる薄膜が形成されていることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項3】前記自己組織化単分子膜がイオウ原子を前記保護膜側に配向した、炭素数3以上30以下のアルカンチオールから形成されてなることを特徴とする請求項1及至2記載の磁気記録媒体。

【請求項4】前記自己組織化単分子膜が炭素数の異なる2種類以上のアルカンチオール混合物からなることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項記載の磁気記録媒体。

【請求項5】前記自己組織化単分子膜のアルカンチオールの保護膜と反対側の終端のメチル基が水酸基、アミノ基、フッ化メチル基のいずれか1つあるいは2つ以上の基で置換されてなることを特徴とする請求項3又は4記載の磁気記録媒体。

【請求項6】前記アルカンチオールはイオウ原子と反対側の終端がメチル基とフッ化メチル基からなる2種類のアルカンチオールであり、フッ化メチル基を持つアルカンチオールの炭素数がメチル基を持つアルカンチオールの炭素数より多く、フッ化メチル基を持つアルカンチオールの分子数が自己組織化単分子膜の全分子数の5%以上80%以下であることを特徴とする請求項4記載の磁気記録媒体。

【請求項7】前記有機物潤滑剤の主鎖構造がパーフルオロポリエーテル系高分子、炭化水素もしくはフッ化炭素のいずれか、又はその2つ以上の混合物からなることを特徴とする請求項1及至6記載の磁気記録媒体。

【請求項8】前記有機物潤滑剤からなる薄膜の厚さが0.2nm以上10nm以下であることを特徴とする請求項1～7のいずれか1項記載の磁気記録媒体。

【請求項9】前記保護膜が非晶質炭素、ケイ素含有非晶質炭素、窒素含有非晶質炭素、ホウ素含有非晶質炭素、酸化ケイ素、酸化ジルコニウム及び立方晶窒化ホウ素から選ばれる少なくとも1つの材料で構成されて成ることを特徴とする請求項1～8のいずれか1項記載の磁気記録媒体。

【請求項10】少なくとも磁気記録膜とその上に設けられた保護膜とを有し、前記保護膜上に自己組織化単分子膜が形成されており、前記自己組織化単分子膜上有

機物潤滑剤からなる薄膜が形成されている磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体を記録方向に駆動する駆動部と、記録部と再生部とを備える磁気ヘッドと、前記磁気ヘッドを前記磁気記録媒体に対して相対運動させる手段と、記録再生信号処理手段とを有することを特徴とする磁気記憶装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気記録媒体及び磁気記憶装置に係り、さらに詳細にはハードディスク、フロッピーディスク、磁気テープ等のようにヘッドが一時的あるいは定常に接觸するタイプの磁気記録媒体の積層構造及び磁気記憶装置に関する。

【0002】

【従来の技術】たとえば大型電子計算機、パソコンコンピュータ、ネットワークサーバ、ムービーサーバ等の大容量記憶装置として使用される磁気記録ディスク（以下、磁気ディスクと称する）は、非磁性基板の表面に記録密度の高い強磁性薄膜がスパッタ法などにより形成される。また、その上に非晶質炭素から成る保護膜を形成し、さらに、耐摺動性、耐食性を高めるために保護膜上にフッ素系潤滑剤を塗布することなどが一般的に行われている。

【0003】この場合、安定な潤滑特性を得るために熱的、化学的に安定で、耐飛散性に優れた潤滑剤を用いる必要がある。また、経時的にこれらの潤滑特性を保つ必要がある。さらに近年、記録密度を向上させるために記録ヘッドと磁気ディスクの間隔を狭くする必要が生じており、このことは磁気ディスクの摺動条件がさらに厳しくなることを意味している。よって、磁気ディスクにおいては、すでに航空宇宙機器の潤滑剤として実績のある合成潤滑剤であるパーフルオロポリエーテルが一般的に用いられている。しかし、通常のパーフルオロポリエーテルではヘッドとの摺動によって飛散したり、高温条件下では潤滑剤が摺動面から消失して潤滑性能が低下する傾向があった。

【0004】このような問題を解決するために、たとえば特開昭61-4727号公報に開示されるように、いかり機能を持つ末端基を含むパーフルオロアルキルエーテルのような潤滑剤を保護膜上に塗布する技術が提案されている。また、IEEE Transactions on Magnetics, 31卷2922～2924頁(1995年)には、保護膜上に厚さ3nmの金薄膜を形成し、その上に自己組織化単分子膜を形成した磁気ディスクが報告されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】前記した従来技術(I IEEE Transactions on Magnetics, 31卷2922～2924頁(1995年))では、自己組織化単分子膜の下の金薄膜が軟らかいために十分な耐摺動特性が得られなかったことが報告されている。また、自己組織化単分子膜からなる薄膜が形成されている磁気記録媒体と、前記磁気記録媒体を記録方向に駆動する駆動部と、記録部と再生部とを備える磁気ヘッドと、前記磁気ヘッドを前記磁気記録媒体に対して相対運動させる手段と、記録再生信号処理手段とを有することを特徴とする磁気記憶装置。

子膜のみを形成しても、それ自体には潤滑性がないために摩擦係数は高く、いったん自己組織化単分子膜の破断が起きたら、連鎖的な膜の破壊へと進行する。

【0006】さらに、前記した他の従来技術（特開昭61-4727号公報）では、潤滑剤の末端基が保護膜表面にいかり機能によって付着し、優れた耐飛散性と耐摺動性を発揮する。しかし、近年のヘッドの浮上量低下及び回転速度の高速化に伴って耐摺動性が不足する傾向があった。潤滑膜の薄膜化も摺動による潤滑剤の消失に拍車をかけることになった。それは化学的な潤滑剤分子の破壊といわれるメカニズムによるものである。つまり、通常スパッタ法あるいはCVD法によって形成されるアモルファスカーボンには、必然的に末端が化学的に終端されていない結合が多数存在する。これは、ダングリングボンドと呼ばれており、実験的にも検出されている。そして、このダングリングボンドが潤滑剤の末端基の吸着についての活性点となるが、その反面、ダングリングボンドが触媒的な作用をして、潤滑剤を分解することも最近明らかになった。これは、ダングリングボンドと潤滑剤分子が直接相互作用する場合もあれば、ダングリングボンドとその吸着作用で表面に吸着した水分子や炭化水素系の汚染物が反応して、新たな活性中間種を生みだし、それが、潤滑剤分子を分解する場合もある。このようなダングリングボンド起因の潤滑剤の分解過程は、浮上量低下と粘着防止のために潤滑膜厚を薄くした最近の磁気ディスクで特に顕著となっている。

【0007】本発明の目的は、これらダングリングボンド起因の潤滑剤分解反応を起こさないような、長期的な良好な耐摺動特性を発揮する耐久性と信頼性に優れた磁気記録媒体を提供することにある。本発明の他の目的は、保護膜上に均一な分子膜が密に形成され、磁気ヘッドと磁気ディスクが摺動中に真実接触点を生じないような、磁気ヘッド低浮上化と磁気ディスク回転速度の高速化に対応した磁気記録媒体を提供する。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記の目的は、少なくとも磁気記録膜とその上に設けられた保護膜とを有し、保護膜上に自己組織化単分子膜が形成されており、自己組織化単分子膜上に有機物潤滑剤からなる薄膜を形成してなる磁気記録媒体により達成される。

【0009】自己組織化単分子膜は、保護膜上に水平方向の分子間隔が0.2nm以上1nm以下の実質的に一定の間隔で並ぶ水平面並進対称性を持った単分子膜であることが望ましい。形成のしやすさからは、自己組織化単分子膜の水平面の分子間隔は、0.4nm～0.6nmの範囲にあることが望ましい。

【0010】ここで、自己組織化単分子膜としては、イオウ原子を保護膜側に配向した、炭素数3以上30以下のアルカンチオールなどから形成することが形成のしやすさから望ましい。また、自己組織化単分子膜は、炭素

数の異なる2種類以上のアルカンチオールから形成してもよい。

【0011】また、自己組織化単分子膜のアルカンチオールの保護膜と反対側の終端のメチル基が水酸基、アミノ基、フッ化メチル基のいずれか1つあるいは2つ以上の基で置換されていてもよい。

【0012】さらにまた、自己組織化単分子膜のアルカンチオールは、イオウ原子と反対側の終端がメチル基とフッ化メチル基からなる2種類のアルカンチオールであり、フッ化メチル基を持つアルカンチオールの炭素数がメチル基を持つアルカンチオールの炭素数より多いものとすることができる。この場合のフッ化メチル基を持つアルカンチオールの分子数は、自己組織化単分子膜の全分子数の5%以上80%以下であることが望ましい。

【0013】フッ素含有有機物の潤滑剤としては、主鎖構造がパーカルオロポリエーテル系高分子、炭化水素もしくはフッ化炭素のいずれか、又はその2つ以上の混合物から成ることが望ましい。この場合、フッ素含有有機物の潤滑剤から成る薄膜の厚さは、0.2nmより薄いと均一な膜にならず、また10nmより厚くするとメニスカスによる粘着の悪影響が生じるため、0.2nm以上、10nm以下であることが望ましい。ただし、潤滑剤は安定な摺動と耐久性のあるものならば他の有機系潤滑剤や無機系潤滑剤を用いても良い。

【0014】保護膜としては、非晶質炭素、ケイ素含有非晶質炭素、窒素含有非晶質炭素、ホウ素含有非晶質炭素、酸化ケイ素、酸化ジルコニア及び立方晶窒化ホウ素のいずれかがよい。これら非晶質炭素保護膜の形成方法には、グラファイトをターゲットとした不活性ガス中、あるいは不活性ガスとメタンなどの炭化水素ガスの混合ガス中のスパッタリングにより形成する方法や、炭化水素ガス、アルコール、アセトン、アダマンタンなどの有機化合物を単独あるいは水素ガス、不活性ガスなどを混合して、プラズマCVDにより形成する方法、あるいは有機化合物をイオン化して電圧をかけて加速し、基板に衝突させて形成する方法などがある。

【0015】磁気記録媒体の基板には、たとえばアルミニウム基板やガラス基板やグラファイト基板などの非磁性基板が使用される。アルミニウム基板には表面をニッケル・リンなどでめっきしてもよい。また、基板を回転させながらダイヤモンド砥粒や研磨用テープを押し当てることにより基板上に同心円状の微細な溝を形成し、ヘッドの浮上特性を改良したり、磁気異方性を制御するなどのことも行われる。さらに、ガラス基板では強酸などの薬品により表面を化学的にエッチングして微細な凹凸をつけ、ヘッドと接触する面積を減らし、摺動時の接線力を減少させても良い。これらは、保護膜表面を微細な粒子でマスキングしてエッチングしても同様の効果が期待できる。

【0016】磁気記録媒体の基板上には、磁気記録膜を

成膜する前に記録膜の磁気特性を良好なものにするためにクロムなどの下地膜をスパッタ法などで成膜しても良い。基板上の磁気記録膜は、コバルト・ニッケル、コバルト・クロム、コバルト・クロムにプラチナ、タンタル、バナジウム、サマリウムなどを少量混ぜたものが使われる。

【0017】また、前記磁気記録媒体と、これを記録方向に駆動する駆動部と、電磁誘導型の記録部と磁気抵抗効果型の再生部からなる磁気ヘッドと、磁気ヘッドを磁気記録媒体に対して相対運動させる手段と、記録再生信号処理手段等を用いて磁気記憶装置を構成することにより、1平方インチあたり3ギガビット以上の記録密度を実現することができる。

【0018】本発明によると、保護膜上に自己組織化単分子膜を形成し、自己組織化単分子膜の上に有機物潤滑剤から成る薄膜を形成することによって、保護膜表面にあるダングリングボンドが潤滑剤から隔離され、ダングリングボンド起因の潤滑剤分子の分解反応を防ぐことができる。さらに、自己組織化単分子膜は、形成時に表面の汚染物や吸着水を排除しながら密に詰まった単分子膜を形成するので、保護膜表面から汚染物や水を除去することが可能になる。このことにより、水や汚染物による潤滑剤の劣化や粘性の劣化を防止することが可能になる。イオウ原子を保護膜側に配向した、炭素数3以上30以下のアルカンチオールは、自己組織力が強力で、この目的に最も適している。

【0019】また、自己組織化単分子膜の上に潤滑性を持つ有機薄膜を形成することによって、自己組織化単分子膜のみでは実現できない表面潤滑性が得られる。すなわち、下層の自己組織化単分子膜が規則性、平滑性、化学的安定性の役割を負い、上層の有機潤滑膜が潤滑性能を発揮するのである。

【0020】さらには、自己組織化単分子膜を炭素数の異なる2種類以上のアルカンチオールによって形成すると、結果的に表面に分子レベルの大きさの凹凸を形成することができる。この凹凸は、混合するアルカンチオールの比率や大きさのちがいによって自由に制御できる。この凹凸を形成することによって、その上に塗布する潤滑膜の溜具合を制御できるので、摩擦力を制御することが可能になる。さらにまた、この凹凸により回転による潤滑剤の飛散を抑えることも可能となる。今まで、こういった潤滑剤の下の形状を変えることは、基板のテクスチャ加工や、保護膜表面のエッチングによってなされてきたが、いづれも凹凸の形状は、 μm のオーダーであって、しかもプロセス依存度が大きく、制御が難しかった。自己組織化単分子膜は、表面の化学的性質と形状を分子レベルで同時に制御できる始めての方法である。

【0021】自己組織化単分子膜のアルカンチオールの保護膜と反対側の終端のメチル基が水酸基、アミノ基、フッ化メチル基のいずれか1つあるいは2つ以上の基で

置換されると、より積極的な表面化学性質の制御となる。これらは、末端官能基を持ったタイプのパーカルオロポリエーテルを潤滑剤として使用する場合に、潤滑剤の表面の飛散性を制御することが可能である。

【0022】さらには、自己組織化単分子膜のアルカンチオールのイオウ原子と反対側の終端がメチル基とフッ化メチル基からなる2種類のアルカンチオールにして、なおかつフッ化メチル基を持つアルカンチオールの炭素数がメチル基を持つアルカンチオールの炭素数より多くすると、凸の部分が摩擦係数が小さく、凹の部分が自己組織力を発揮するようになる。この場合のフッ化メチル基を持つアルカンチオールの分子数は、自己組織化単分子膜の全分子数の5%以上80%以下とすると、自己組織力を損なわずに、凸部の摩擦係数を下げることができる。

【0023】また、本発明の磁気記録媒体と再生部に磁気抵抗効果素子を用いた磁気ヘッドを組み合わせた場合には、従来に比べ高い記録密度を有する信頼性の高い磁気ディスク装置を実現することが可能となる。すなわち、磁気抵抗効果型ヘッドは感度が高いが、静電破壊等を防止するために、一般的に、スライダ面にカーボン等の保護膜を形成する必要がある。このスライダ面に形成される保護膜の厚みは通常10~20nm程度である。ヘッド浮上量を一定とした場合には、このスライダ面の保護膜の厚みの分だけ媒体とヘッドの感磁部の距離が遠くなるため出力が低下してしまい、高感度な磁気抵抗効果型ヘッドの性能を十分に引き出すことは難しい。これに対し、媒体として自己組織化単分子膜の上に潤滑剤層を有する本発明の磁気記録媒体を用いた場合には、ダングリングボンドによる潤滑剤の劣化が抑えられるため、ヘッド浮上量を低くすることができ、高感度な磁気抵抗効果型ヘッドの性能を十分に引き出し、高い記録密度を実現することが可能となる。

【0024】なお、本発明の耐トライボ化学反応潤滑性薄膜形成技術は、磁気ディスク、磁気テープ、磁気カードなどの磁気記録媒体のほかに、ディスクと接触する可能性のあるヘッドを使う場合に光ディスク、光磁気ディスクに適用することができ、さらに恒久的な潤滑性が要求される各種機械部品、摺動部品などにも適用することができる。

【0025】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を図面に基づいて説明する。なお、記録媒体としては、周知のように磁気ディスク（ハードディスク、フロッピーディスク）と磁気テープなどがあるが、以下の説明ではいづれも磁気ディスクを代表例にした。

【0026】【実施例1】図1は、本発明の第1の実施例に関わる磁気記録媒体の概略断面図を示したものである。同図において、1は有機物潤滑剤からなる薄膜、2は自己組織化単分子膜、3はスパッタ法で形成された非

晶質炭素保護膜、4はコバルト・ニッケル合金系磁気記録膜、5はクロム膜、6はガラス製基板（直径2.5インチ）である。有機物潤滑剤は、パーフルオロメチレンオキサイドとパーフルオロエチレンオキサイドのセグメントの共重合体にアルコール官能基が末端基としてついた平均分子量3000のものである。

【0027】この構成の磁気ディスクは次に示すような方法で製造した。まず、周知の連続スパッタ成膜装置により、基板6の上に厚さ20nmのクロム・チタン合金下地膜5、厚さ25nmのコバルト・クロム・プラチナ合金膜4、厚さ20nmの非晶質炭素保護膜3を順次形成した。その後、磁気ディスクをスパッタ装置より取り出して、ドデカンチオールのエタノール溶液（濃度：0.001mol/l）に10分間浸漬し、その後、エタノール、純水の順でリーンし、自己組織化単分子膜2を形成した。それから、フッ素含有有機物の潤滑膜を溶液浸漬塗布法によって自己組織化単分子膜上に形成した。塗布条件としては、フッ化炭素系溶剤に前記パーフルオロポリエーテル潤滑剤を0.0005mol/lずつの濃度で溶解した液に前記磁気ディスクを4分間浸漬し、0.5mm/秒の速度で引き上げた。

【0028】磁気ディスクの表面をFT-IR（フーリエ変換赤外吸収分光法）によって分析したところ、保護膜表面に1nmの膜厚で前記のパーフルオロポリエーテル潤滑膜が形成されていることが確認された。また、潤滑膜の形成の前に磁気ディスク表面をエックス線光電子分光法と走査型トンネル顕微鏡によって観察したところ、図1のように密に自己組織化し、保護膜にイオウを介して化学結合したドデカンチオールの単分子膜が形成されていることが確認された。このドデカンチオールの単分子膜の水平方向の分子間隔は約0.4nmである。

【0029】本実施例の磁気ディスクの動摩擦係数をアルミニウム・チタンカーバイド（AlTiC）製のスライダーから成るヘッドを用いて測定した。測定時の磁気ディスクの回転数は1rpm、荷重は1.5gfとし、半径20mmの位置でヘッドにかかる接線方向の力を歪ゲージセンサーで測定し、動摩擦係数を得た。その結果、本実施例の磁気ディスクの動摩擦係数は、0.01であった。

【0030】耐摺動特性の評価には、コンタクト・スタート・ストップ試験（以下、CSS試験という）を行った。CSS試験は、周知のように、ディスク面にヘッドを接触させた状態でディスクを回転させ、ヘッドを浮上させた後、再びディスクを停止するというサイクルを一定間隔で繰り返す試験である。回転立ち上がり時間は2秒、定速高速回転時間は2秒、立ち下がり時間は2秒、停止時間は2秒、高速回転時の回転数は10000rpmであった。その結果、CSS繰り返し30万回後も磁気ディスク表面に損傷が見られなかった。また、前述の動摩擦係数をCSS繰り返し30万回後に測定したとこ

ろ、0.015であって、動摩擦係数の上昇が抑えられていることが確認された。これは、とりもなおさず、潤滑剤が自己組織化単分子膜によって保護膜表面にあるダンギングボンドから隔離され、ヘッドとの摺動中に起りやすいトライボ化学反応による分解が抑えられたことによるものである。

【0031】本実施例の磁気ディスクの水に対する接触角を測定したところ、107度であって、ポリテトラフルオロエチレンと同等のはっ水性を示した。さらに、本実施例の磁気ディスクを80℃、90%RHの恒温恒湿環境で50時間放置するという実験を行ったところ、放置後の磁気ディスク表面には全く腐食点は見られなかつた。これらの結果は、自己組織化単分子膜の形成時に保護膜表面の有機物汚染物や吸着水が排除されて、潤滑層の耐候性が向上した結果である。

【0032】【実施例2】図2は、本発明の第2の実施例に関わる磁気記録媒体の概略断面図を示したものである。図2において、3はスパッタ法で形成された非晶質炭素保護膜、4はコバルト・クロム・プラチナ合金系磁気記録膜、5はクロム・チタン合金膜、6はガラス製基板（直径2.5インチ）、1は実施例1と同等のパーフルオロポリエーテル潤滑膜、7は炭素数の異なる2種類以上のアルカンチオール混合物からなる自己組織化単分子膜である。

【0033】本実施例では、実施例1と同じ連続成膜装置、基板を使って保護膜まで形成した磁気ディスクを用意した。その後、磁気ディスクをドデカンチオールとデカンチオールのエタノール溶液（濃度はそれぞれ0.0005mol/l）に10分間浸漬し、引き上げた後エタノール、純水の順でリーンした。このようにして、保護膜上に炭素数の異なる2種類以上のアルカンチオール混合物からなる自己組織化単分子膜7を形成した。それから、フッ素含有有機物の潤滑膜を溶液浸漬塗布法によって自己組織化単分子膜上に形成した。塗布条件としては、フッ化炭素系溶剤に前記パーフルオロポリエーテル潤滑剤を0.0005mol/lずつの濃度で溶解した液に前記磁気ディスクを4分間浸漬し、0.5mm/秒の速度で引き上げた。

【0034】潤滑剤の塗布の前に磁気ディスク表面をエックス線光電子分光法と走査型トンネル顕微鏡で観察すると、密に充填した自己組織化単分子膜の表面に2種類のアルカンチオールの長さの差に相当する0.1nm程度の凹凸が形成されていることが確認された。潤滑剤の塗布後に実施例1と同様にFT-IRで潤滑膜の厚さを測定すると、1nmであった。本実施例の磁気ディスクの動摩擦係数を実施例1と同等のヘッド、測定条件で測定したところ0.01であった。

【0035】実施例1と同等のCSS試験30万回後の動摩擦係数は0.016であって、2種類の長さの異なるアルカンチオールによる自己組織化単分子膜によって

保護膜表面のダングリングボンドがマスクされ、ヘッドとの摺動を起因としたダングリングボンドによる潤滑剤の分解反応が効果的に阻止されていることが確認された。

【0036】本実施例の磁気ディスクの水に対する接触角は、108度であった。実施例1と同条件で恒温恒湿環境の放置試験では、腐食点は観測されなかった。

【0037】【実施例3】図3は、本発明の第3の実施例に関する磁気記録媒体の概略断面図を示したものである。図3において、3はスパッタ法で形成された非晶質炭素保護膜、4はコバルト・クロム・プラチナ合金系磁気記録膜、5はクロム・チタン合金膜、6はガラス製基板（直径2.5インチ）、1は実施例1と同様のパーフルオロポリエーテル潤滑膜、8は自己組織化単分子膜である。ただし、この自己組織化単分子膜は、イオウの反対側の終端がフッ化メチル基で置換されたアルキルチオール（トリフルオロメチルウンデカンチオール）とデカニチオールの2種類の分子から形成されている。

【0038】本実施例においても実施例1と同等の連続成膜装置、基板を使って保護膜まで形成した磁気ディスクを用意した。その後、磁気ディスクをトリフルオロメチルウンデカンチオールとデカニチオールのエタノール溶液（濃度はそれぞれ0.0005mol/l）に10分間浸漬し、引き上げた後エタノール、純水の順でリソスした。このようにして、保護膜上に自己組織化単分子膜8を形成した。それから、フッ素含有有機物の潤滑膜を溶液浸漬塗布法によって自己組織化単分子膜上に形成した。塗布条件としては、フッ化炭素系溶剤に前記パーフルオロポリエーテル潤滑剤を0.0005mol/lずつの濃度で溶解した液に前記磁気ディスクを4分間浸漬し、0.5mm/秒の速度で引き上げた。

【0039】潤滑剤の塗布の前に磁気ディスク表面をエックス線光電子分光法と走査型トンネル顕微鏡で観察すると、密に充填した自己組織化単分子膜の表面に2種類のアルカンチオールの長さの差に相当する0.2nm程度の凹凸が形成されていることが確認された。その割合は、エックス線光電子分光法によるフッ素と炭素の表面元素濃度の比較から1:1であることがわかった。また、走査型トンネル顕微鏡と摩擦力顕微鏡の観察の比較から、フッ化メチル基のほうが凸部にあることもわかった。

【0040】潤滑剤の塗布後に実施例1と同様にFT-IRで潤滑膜の厚さを測定すると、1nmであった。本実施例の磁気ディスクの動摩擦係数を実施例1と同等のヘッド、測定条件で測定したところ0.01であった。

【0041】実施例1と同等のCSS試験30万回後の動摩擦係数は0.017であって、2種類の長さの異なるアルカンチオールによる自己組織化単分子膜によって保護膜表面のダングリングボンドがマスクされ、ヘッドとの摺動を起因としたダングリングボンドによる潤滑剤

の分解反応が効果的に阻止されていることが確認された。

【0042】本実施例の磁気ディスクの水に対する接触角は、108度であった。実施例1と同条件で恒温恒湿環境の放置試験では、腐食点は観測されなかった。

【0043】【実施例4】図4は、本発明の第4の実施例に関する磁気記録媒体の概略断面図を示したものである。図4において、3はスパッタ法で形成された非晶質炭素保護膜、4はコバルト・クロム・プラチナ合金系磁気記録膜、5はクロム・チタン合金膜、6はガラス製基板（直径2.5インチ）、1はパーフルオロポリエーテル潤滑膜、9は自己組織化単分子膜である。ただし、この自己組織化単分子膜は、イオウの反対側の終端が水酸基で置換されたアルキルチオール（ヒドロキシウンデカンチオール）とウンデカンチオールの2種類の分子から形成されている。

【0044】本実施例においても実施例1と同等の連続成膜装置、基板を使って保護膜まで形成した磁気ディスクを用意した。その後、磁気ディスクをヒドロキシウンデカンチオールとウンデカンチオールのエタノール溶液（濃度はそれぞれ0.0005mol/l）に10分間浸漬し、引き上げた後エタノール、純水の順でリソスした。このようにして、保護膜上に自己組織化単分子膜9を形成した。それから、フッ素含有有機物の潤滑膜を溶液浸漬塗布法によって自己組織化単分子膜上に形成した。塗布条件としては、フッ化炭素系溶剤にパーフルオロポリエーテル潤滑剤を0.0005mol/lずつの濃度で溶解した液に前記磁気ディスクを4分間浸漬し、0.5mm/秒の速度で引き上げた。パーフルオロポリエーテル潤滑剤としては、主鎖構造がパーフルオロメチレンオキサイドとパーフルオロエチレンオキサイドの共重合体（平均分子量2800）であり、両末端が、ピペロニル官能基のものを用いた。

【0045】潤滑剤の塗布の前に磁気ディスク表面をエックス線光電子分光法と走査型トンネル顕微鏡で観察すると、水酸基を表面に出したものとメチル基を表面に出したものとの2種類のアルカンチオールからなる密に充填した自己組織化単分子膜が形成されていることが確認された。その割合は、エックス線光電子分光法による酸素と炭素の表面元素濃度の比較から1:1であることがわかった。

【0046】潤滑剤の塗布後に実施例1と同様にFT-IRで潤滑膜の厚さを測定すると、1nmであった。本実施例の磁気ディスクの動摩擦係数を実施例1と同等のヘッド、測定条件で測定したところ0.01であった。

【0047】実施例1と同等のCSS試験30万回後の動摩擦係数は0.018であって、2種類の長さの異なるアルカンチオールによる自己組織化単分子膜によって保護膜表面のダングリングボンドがマスクされ、ヘッドとの摺動を起因としたダングリングボンドによる潤滑剤

の分解反応が効果的に阻止されていることが確認された。

【0048】本実施例の磁気ディスクの水に対する接触角は、106度であった。実施例1と同条件で恒温恒湿環境の放置試験では、腐食点は観測されなかった。

【0049】〔実施例5〕本実施例では、図1に断面構造を略示する実施例1と同様の磁気ディスクを作製した。ただし、潤滑剤には、炭素数が20のポリブテンを使用した。潤滑膜厚は、2nmである。

【0050】実施例1と同様にして、AlTiC製のヘッドを用いて動摩擦係数を測定すると、0.017であった。実施例1と同条件のCSS試験30万回後の動摩擦係数の値は、0.024であった。本実施例の磁気ディスクの水に対する接触角は、106度であった。また、実施例1と同条件で行った恒温恒湿環境の放置試験では、腐食点は観測されなかった。

【0051】〔実施例6〕本実施例では、図1に断面構造を略示する実施例1と同様の磁気ディスクを作製した。ただし、潤滑剤には、炭素数が16のフルオロエスセルを使用した。潤滑膜厚は、1.5nmである。

【0052】実施例1と同様にして、AlTiC製のヘッドを用いて動摩擦係数を測定すると、0.016であった。実施例1と同条件のCSS試験30万回後の動摩擦係数の値は、0.020であった。本実施例の磁気ディスクの水に対する接触角は、107度であった。また、実施例1と同条件で行った恒温恒湿環境の放置試験では、腐食点は観測されなかった。

【0053】〔実施例7〕本発明による磁気記憶装置の平面模式図及び縦断面模式図を図5(a)及び図5

(b)に示す。この装置は、磁気記憶媒体10と、これを回転駆動する駆動部11と、磁気ヘッド12及びその駆動手段13と、磁気ヘッドの記録再生信号処理手段14を有してなる周知の構成を持つ磁気記憶装置である。

【0054】磁気ヘッドの構造を図6に示す。この磁気ヘッドは基体21上に形成された記録用の電磁誘導型磁気ヘッド、再生用の磁気抵抗効果型磁気ヘッドを併せ持つ複合型ヘッドである。前記記録用ヘッドはコイル18を挟む上部記録磁極19と下部記録磁極兼上部シールド層17からなり、記録磁極間のギャップ層厚は0.3μmとした。また、コイルには厚さ3μmのCuを用いた。前記再生用ヘッドは磁気抵抗センサ15とその両端の電極パタン20からなり、磁気抵抗センサは共に1μm厚の下部記録磁極兼上部シールド層と下部シールド層16で挟まれ、前記シールド層間距離は0.25μmである。尚、図6では記録磁極間のギャップ層、及びシールド層と磁気抵抗センサとのギャップ層は省略してある。

【0055】図7に磁気抵抗センサの断面構造を示す。磁気センサの信号検出領域22は、酸化Alのギャップ層23上に横バイアス層24、分離層25、磁気抵抗強

磁性層26が順次形成された部分からなる。磁気抵抗強磁性層には、20nmのNiFe合金を用いた。横バイアス層には25nmのNiFeNbを用いたが、NiFeRh等の比較的電気抵抗が高く、軟磁気特性の良好な強磁性合金であれば良い。横バイアス層は磁気抵抗強磁性層を流れるセンス電流がつくる磁界によって、前記電流と垂直な膜面内方向(横方向)に磁化され、磁気抵抗強磁性層に横方向のバイアス磁界を印加する。これによつて、媒体からの漏洩磁界に対して線形な再生出力を示す磁気センサが得られる。磁気抵抗強磁性層からのセンス電流の分流を防ぐ分離層には、比較的電気抵抗が高いTaを用い、膜厚は5nmとした。

【0056】信号検出領域の両端にはテーパー形状に加工されたテーパー部27がある。テーパー部は、磁気抵抗強磁性層を単磁区化するための永久磁石層28と、その上に形成された信号を取り出すための一対の電極20からなる。永久磁石層は保磁力が大きく、磁化方向が容易に変化しないことが必要であり、CoCr, CoCrPt合金等が用いられる。

【0057】磁気記録媒体10としては、実施例1で述べた媒体を用いた。ここで磁気記録膜の特性として保磁力Hcが2.7kOeの媒体を用いた。本実施例の磁気記憶装置を用い、ヘッド浮上量35nm、線記録密度230kFCI、トラック密度13kTPIの条件で記録再生特性を評価したところ4.5の装置S/Nが得られた。また、磁気ヘッドへの入力信号を8-9符号変調処理を施すことにより、1平方インチあたり3ギガビットの記録密度で記録再生することができた。しかも、内周から外周までのヘッドシーク試験5万回後のビットエラ一数は10ビット/面以下であり、MTBFで15万時間が達成できた。

【0058】〔実施例8〕実施例7と同様な構成であるが、再生用ヘッドの磁気抵抗センサと記録媒体の膜構成が異なる磁気記憶装置についての実施例を以下に示す。磁気抵抗センサは図8に示す様に、酸化Alギャップ層23上に、磁性層に(111)配向をとらせるためのTaバッファ層29が5nm、7nmの第一の磁性層30、1.5nmのCu中間層31、3nmの第二の磁性層32、10nmのFe-50at%Mn反強磁性合金層33が順次形成された構造である。第一の磁性層にはNi-20at%Fe合金を使用し、第二の磁性層にはCoを使用した。反強磁性層からの交換磁界により、第二の磁性層の磁化は一方向に固定されている。これに対し、第二の磁性層と非磁性層を介して接する第一の磁性層の磁化の方向は、磁気記録媒体からの漏洩磁界により変化するため、抵抗変化が生じる。このような二つの磁性層の磁化の相対的方向の変化に伴う抵抗変化はスピンドル効果と呼ばれるが、本実施例では再生用ヘッドにこの効果を利用したスピンドル型磁気ヘッドを使用した。テーパー部は実施例7の磁気センサと同一構成であ

る。

【0059】磁気記録媒体としては、実施例1で述べた媒体を用いた。ここで磁気記録膜の特性として保磁力H_cが2.7 kOeの媒体を用いた。本実施例の磁気記憶装置を用い、ヘッド浮上量35 nm、線記録密度230 kFCI、トラック密度13 kTPIの条件で記録再生特性を評価したところ4.5の装置S/Nが得られた。また、磁気ヘッドへの入力信号を8-9符号変調処理を施すことにより、1平方インチあたり3ギガビットの記録密度で記録再生することができた。しかも、内周から外周までのヘッドシーク試験5万回後のビットエラー数は10ビット/面以下であり、MTBFで15万時間が達成できた。

【0060】〔比較例1〕実施例1と同等の基板に同条件で非晶質保護膜までを成膜した磁気ディスクに、実施例1と同等のパーフルオロポリエーテル潤滑剤を1 nmの膜厚で溶液浸漬塗布したものを比較例1として作成した。

【0061】実施例1と同等の各種評価試験を行ったところ、以下の結果を得た。

- (1) 動摩擦係数は0.02であった。
- (2) CSS 30万回後の動摩擦係数は0.8に上昇した。CSS 30万回後の摺動トラックには摩耗痕が観測された。
- (3) 水に対する接触角は107度であった。また、実施例1と同条件の恒温恒湿環境試験後の磁気ディスク表面にはごくわずかな変色が見られた。

【0062】〔比較例2〕実施例4と同様の回転駆動する駆動部と、磁気ヘッド及びその駆動手段と、磁気ヘッドの記録再生信号処理手段と、比較例1で述べた磁気記録媒体とによって構成される磁気記憶装置を作成した。ここで磁気記録膜の特性として保磁力H_cが3.2 kOeの媒体を用いた。

【0063】本比較例の磁気記憶装置を用い、ヘッド浮上量35 nm、シールド層間隔0.35 μm以下、線記録密度230 kFCI、トラック密度13 kTPIの条件で記録再生特性を評価したところ4.5の装置S/Nが得られた。また、磁気ヘッドへの入力信号を8-9符号変調処理を施すことにより、1平方インチあたり3ギガビットの記録密度で記録再生することができた。しかし、内周から外周までのヘッドシーク試験5万回後のビットエラー数は800ビット/面以上であり、MTBFは9万時間以下であった。

【0064】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明によると、磁気記録膜と保護膜とを有する磁気記録媒体において、保護膜上に、自己組織化単分子膜を形成し、自己組織化単分子膜の上に有機物潤滑剤から成る薄膜を形成することによって、潤滑剤が保護膜表面にあるダングリングボンドや汚染物から隔離されるので、ヘッドとの摺動によるライボ化学反応に誘起される潤滑剤の分解が抑えられて、潤滑性能が低下することなく、長期に安定した耐摺動特性と耐候性を備えた磁気記録媒体を実現することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による磁気ディスクの一例の概略断面図。

【図2】本発明による磁気ディスクの他の例の概略断面図。

【図3】本発明による磁気ディスクの他の例の概略断面図。

【図4】本発明による磁気ディスクの他の例の概略断面図。

【図5】磁気記憶装置の概略図であり、(a)は平面模式図、(b)はそのA-A' 縦断面図。

【図6】磁気ヘッドの断面構造を示す立体模式図。

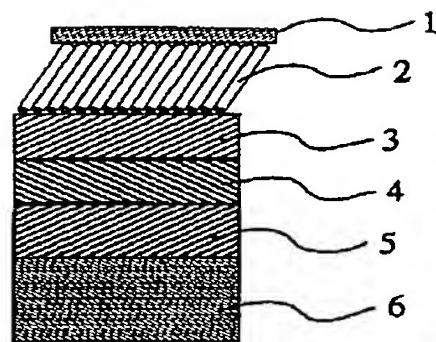
【図7】磁気ヘッドの磁気抵抗センサ部の断面構造の模式図。

【図8】磁気ヘッドの磁気抵抗センサ部の断面構造の模式図。

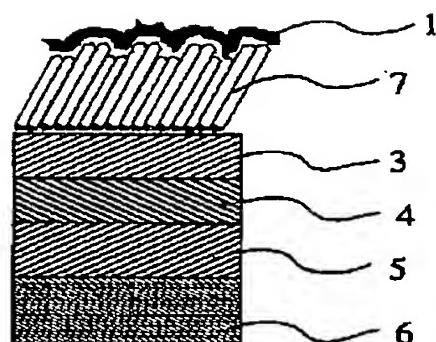
【符号の説明】

1…有機物潤滑剤からなる薄膜、2…自己組織化単分子膜、3…非晶質炭素保護膜、4…磁気記録膜、5…クロム膜、6…ガラス製基板、7…炭素数の異なる2種類以上のアルカンチオールから成る自己組織化単分子膜、8…異なる炭素数で異なる最表面化学種を2種以上含む自己組織化単分子膜、9…最表面に異なる化学種を2種以上含む自己組織化単分子膜、10…磁気記録媒体、11…磁気記録媒体駆動部、12…磁気ヘッド、13…磁気ヘッド駆動部、14…記録再生信号処理系、15…磁気抵抗センサ、16…下部シールド層、17…上部シールド記録磁極兼用層、18…コイル、19…上部記録磁極、20…導体層、21…基体、22…信号検出領域、23…シールド層と磁気抵抗センサの間のギャップ層、24…横バイアス層、25…分離層、26…磁気抵抗強磁性層、27…テーパー部、28…永久磁石層、29…バッファ層、30…第一の磁性層、31…中間層、32…第二の磁性層、33…反強磁性層

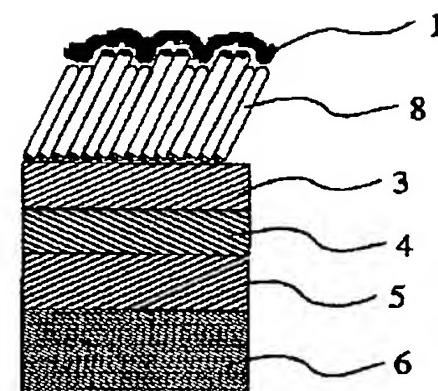
【図1】



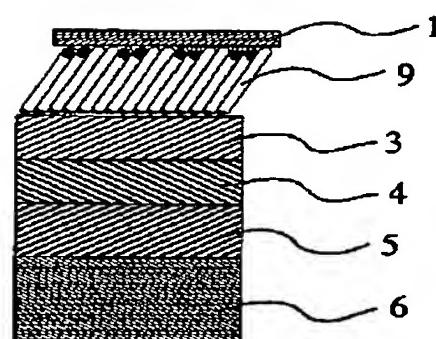
【図2】



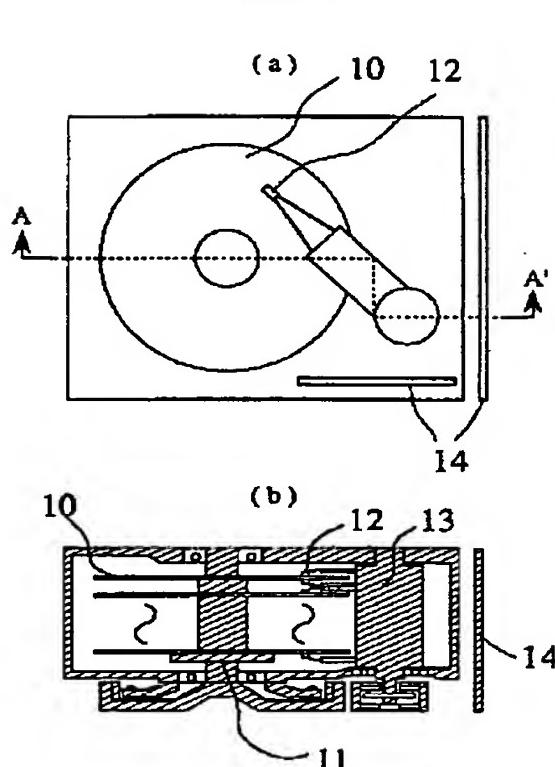
【図3】



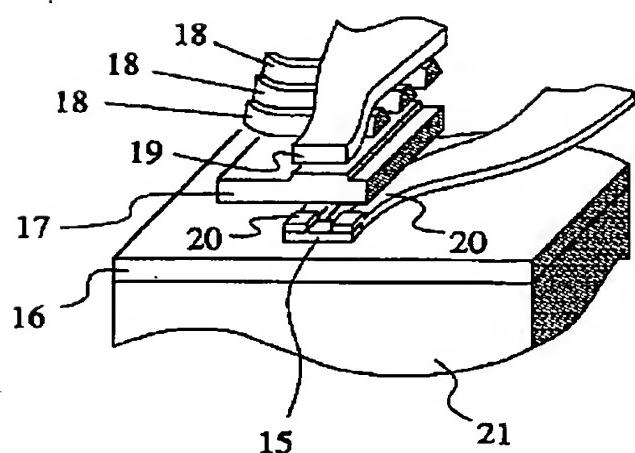
【図4】



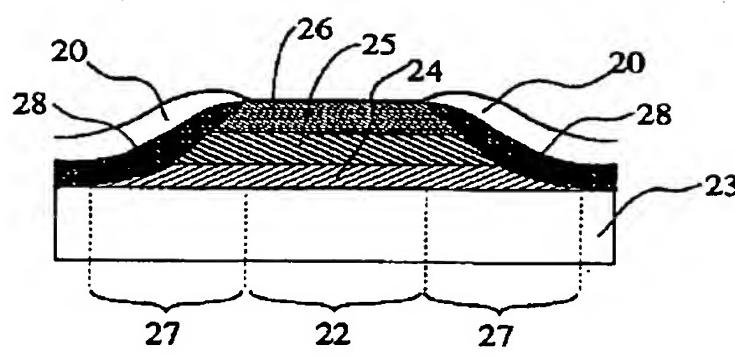
【図5】



【図6】



【図7】



【図8】

